

*** NOTICES ***

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] The ceramic heater with which it is the ceramic heater of the structure where the alumimium nitride sintered compact was joined on both sides of the energization section which consists of a heating element pattern, and junction of this alumimium nitride sintered compact is characterized by accomplishing by making the metallized layer of at least a kind of metal chosen as the non-energizing section of a plane of composition from gold, silver, and copper exist.

[Claim 2] The ceramic heater according to claim 1 with which a metallized layer contains at least one sort of metal components chosen from platinum, palladium, titanium, and zircon at 0.5 - 35% of the weight of a rate.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Industrial Application] This invention relates to the new ceramic heater which used the alumimum nitride sintered compact. It is the ceramic heater useful as a heater for biochemistry and physicochemistry devices with which it has the property of the temperature up and temperature fall rate of the whole heater corresponding to turning on and off of the power source of this heating element being quick, and excelling also in the endurance over the repeat of a temperature up and a temperature fall, and highly precise temperature control is required in detail in the ceramic heater of the structure by which the laminating was carried out to the ceramic sintered compact on both sides of the heating element pattern.

[0002]

[Description of the Prior Art] The thing of the structure which joined the ceramic sintered compact through the heating element pattern as a comparatively thick ceramic heater conventionally is known.

[0003] The ceramic heater of this structure is manufactured by carrying out coincidence baking, after forming the heating element pattern of the shape of linearity of arbitration, line breadth, and die length by screen-stencil etc. so that a predetermined electric resistance value may be acquired by generation forms, such as a green sheet of ceramics, such as an alumina, silicon nitride, and alumimum nitride, and a press-forming object, and joining a ceramic green sheet and a press-forming object on the heating element pattern.

[0004] Especially alumimum nitride is suitably used at a point with good thermal conductivity among the above-mentioned ceramics.

[0005]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, the ceramic heater of the above-mentioned structure still had the room of amelioration in the temperature up and the temperature fall rate of the whole heater corresponding to turning on and off of the power source to a heating element, even when thermal conductivity used good alumimum nitride as ceramics.

[0006] Although a certain amount of amelioration can be aimed at if a heating element pattern is formed in the whole alumimum nitride sintered compact about the problem of the temperature up and temperature fall rate of the above-mentioned whole heater, formation of a heating element pattern not only becomes complicated, but it becomes the

cause of failures, such as an open circuit and short-circuit, at the time of use.

[0007]

[Means for Solving the Problem] this invention persons inquired wholeheartedly that the above-mentioned trouble of the ceramic heater which used alumimium nitride should be solved. Consequently, maintaining or raising the endurance over the repeat of the temperature up and temperature fall for this joint by making platinum and palladium into the heater structure which joined the alumimium nitride sintered compact by the specific ***** system metallized layer in the non-energizing sections other than the heating element pattern used as the energization section, it finds out that this problem can be solved and came to complete this invention.

[0008] That is, this invention is the ceramic heater of the structure where the alumimium nitride sintered compact was joined on both sides of the energization section which consists of a heating element pattern, and junction of this alumimium nitride sintered compact is the ceramic heater characterized by accomplishing by making the metallized layer of at least a kind of metal chosen as the non-energizing section of a plane of composition from gold, silver, and copper exist.

[0009] In this invention, a heating element pattern is formed between the alumimium nitride sintered compacts by which the laminating was carried out. The quality of the material of this heating element pattern is used that the well-known quality of the material does not especially have a limit. For example, refractory metals, such as a tungsten, molybdenum-manganese, tungsten carbide, and titanium nitride, are mentioned. Moreover, the alloy of noble metals, such as gold, silver, and platinum, or this and other metals etc. can be used one time.

[0010] Moreover, what is necessary is not to restrict the configuration of a heating element pattern, especially magnitude, etc., and just to determine suitably in accordance with the configuration of the ceramic heater made into the purpose, a function, etc. What is necessary is generally, just to form a heating element pattern with the line breadth of 2 the cross section of 2000-10000 micrometers.

[0011] In this invention, an alumimium nitride sintered compact is used that the thing of the quality of the material manufactured by the well-known approach does not especially have a limit. Generally, in order to keep thermal conductivity high, that in which alumimium nitride has 92% of the weight or more of purity is desirable. Moreover, the black-ized agent which consists of metals, such as the yttria (Y_2O_3) as sintering acid, calcia (CaO), oxygen of a minute amount, other molybdenum, chromium, iron, and titanium, or an oxide of those may also be included as a presentation of those other than the above-mentioned alumimium nitride.

[0012] Moreover, the configuration of an alumimium nitride sintered compact will not be restricted especially if it has a plane of composition for joining mutually. For example, the configuration of the plate and hemisphere which have a flat side and curve side or a variant side, a tube-like object, etc. is suitable.

[0013] Junction of alumimium nitride has the description of the ceramic heater of this invention in having accomplished by making a kind of metallized layer (henceforth a specific metallized layer) chosen from gold, silver, and copper exist in the non-energizing section of the plane of composition of this alumimium nitride sintered compact at least.

[0014] When a temperature up becomes possible extremely over the whole ceramic heater at homogeneity and a power source is turned OFF by preparing this specific metallized layer, while demonstrating the property of lowering the temperature quickly, it is possible to demonstrate the property of also being able to raise the bonding strength between the alumimium nitride sintered compacts which exist on both sides of a heating element pattern, and excelling also in the endurance over the repeat of a temperature up and a temperature fall.

[0015] In this invention, a specific metallized layer may blend other components in the range to which the thermal conductivity is not fallen extremely. Generally, the addition of other starting components has 50 or less desirable % of the weight.

[0016] for example, at least a kind of component chosen from a metal or glass components, such as platinum, palladium, titanium, and zircon, in order to improve bonding strength -- the above-mentioned range -- it can add at 0.5 - 35 % of the weight preferably. Especially the thing for which metals, such as platinum and palladium, are used in the case of the metallized layer of the silver system which uses silver as a principal component can also prevent silver migration, and is desirable.

[0017] Moreover, in the case of the metallized layer of the copper system which uses copper as a principal component, addition of metal components, such as zinc which can form an alloy with copper, tin, and aluminum, is desirable in order to prevent copper corrosion.

[0018] In this invention, although the above-mentioned specific metallized layer is prepared in the non-energizing section of a plane of composition so that the energization section which consists of an electrode pattern linked to a heating element pattern and this may not be contacted, and its ***** is good for it, it is desirable that you make it exist in the large range as much as possible in this non-energizing section.

[0019] If a suitable mode is illustrated, as for the gap with the above-mentioned energization section, it is desirable to set up so that it may become 20% or more of the line breadth of the pattern of the energization section, and the thing of the area of the non-energizing section of a plane of composition made for 50% or more to exist in 80% or more of area preferably is desirable [a specific metallized layer], when attaining the purpose of this invention.

[0020] Furthermore, although especially the thickness of a specific metallized layer is not restricted, generally 10-30 micrometers is suitable for it.

[0021] One mode of the ceramic heater of this invention is shown in drawing 1 $R > 1$. Moreover, drawing 2 shows the sectional view in the plane of composition of the ceramic heater of drawing 1.

[0022] The ceramic heater shown in drawing 1 is the mode which used the alumimium nitride sintered compact 1 which has the circular notch 3 in the center, and the heating element pattern 4 is annularly formed so that the configuration of this notch 3 may be suited. Moreover, 2 is an electrode for energizing to the heating element pattern 4.

[0023] A gap is opened and the specific metallized layer 5 is formed in the non-energizing section in which the heating element pattern of the plane of composition of an alumimium nitride sintered compact does not exist so that this heating element pattern may not be contacted.

[0024] Especially the manufacture approach of the ceramic heater of this invention is not restricted.

[0025] If a typical approach is illustrated, to the plane of composition of the Green object of alumimium nitride joined After applying the metal paste which can form a heating element pattern and a specific metallized layer, respectively with means, such as screen-stencil, To the plane of composition of an approach and an alumimium nitride sintered compact which carries out coincidence baking and manufactures this Green object and a metal paste After applying the metal paste which can form a heating element pattern and a specific metallized layer, respectively with means, such as screen-stencil, the laminating of the alumimium nitride sintered compact is carried out, and the method of calcinating and manufacturing a metal paste etc. is mentioned.

[0026] In addition, 800-1500 degrees C is suitable for the baking conditions of the above-mentioned metal paste, and when an active metal is included, generally they are performed in a vacuum or a non-oxidizing atmosphere like gas, such as nitrogen, an argon, and hydrogen, or these mixed gas. Moreover, when an active metal is not included, baking by the oxidizing atmosphere is also possible.

[0027] Generally the thing of the presentation which serves as organic binders, such as metals, such as a metal containing active metals, such as noble-metals;Cu;Cu-Ag;nickel-Cr;Ti, such as platinum and gold, and Zr, ethyl cellulose, and acrylic resin, from organic solvents, such as a terpeneol and TEKISA Norian, if needed as a metal paste for forming a heating element pattern among the metal pastes used for said approach is used.

[0028] Moreover, generally as a metal paste for forming a specific metallized layer, the thing of said metallizing presentation, and the above-mentioned organic binder and the presentation which contains an organic solvent further if needed is used.

[0029] Generally in these metal pastes, a 1-10-micrometer thing is suitable for the diameter of metal particles.

[0030]

[Effect of the Invention] The ceramic heater of this invention has the property that the temperature up and temperature fall rate of the whole heater corresponding to turning on and off of the power source of this heating element are very quick, according to the synergism of the adhesive property of a specific metallized layer, and thermal conductivity so that I may be understood from the above explanation.

[0031] Therefore, it becomes possible to offer the ceramic heater in which very highly precise temperature control is possible.

[0032] Moreover, since the junction force of a specific metallized layer and an alumimium nitride sintered compact is also excellent as mentioned above, it has the property of excelling also in the endurance over the repeat of a temperature up and a temperature fall, and practical dependability is high.

[0033]

[Example] In addition, in the following examples and examples of a comparison, various test methods were performed according to the following approach.

[0034] (1) After attaching a lead in a temperature-distribution ceramic heater, it energized using the constant power regulated power supply, it set up so that the maximum temperature of point of measurement might become 150 degrees C, and the temperature

distribution of the heater side face at that time were measured in each location of A, B, and C of drawing 1 , and the maximum of the temperature gradient of each point of measurement was shown.

[0035] (2) The room temperature after attaching a lead in a rising-and-falling-temperature rate ceramic heater -> after shutting off the time amount and the power source which the 500-degree C temperature up took, the time amount which the temperature fall to a room temperature took was measured in each location of A, B, and C of drawing 1 .

[0036] (3) The desquamative state of a 500 cycle deed and a plane of composition was observed for a durability test called an energization halt to the durability test ceramic heater for after [1 hour energization] 1 hour.

[0037] (4) Bonding strength JIS R It measured by the three-point bending test according to 1601.

[0038] The ceramic heater of the structure shown in example 1 drawing 1 was manufactured by the following approaches.

[0039] The ethyl cellulose of organic BANIDA and the terpeneol of a solvent were added to the mixed powder which consists of 80 weight sections, the platinum powder 10 weight section, and the Ti powder 10 weight section in the end of silver dust, it kneaded with 3 mills, and the metal paste for specific metallized layer formation was obtained. In addition, as metal powder, the thing with a mean particle diameter of 1-2 micrometers was used altogether.

[0040] The above-mentioned metal paste was used and the electrode pattern 2 first connected with the heating element pattern 4 at this was formed in the plane of composition of the alumimium nitride sintered compact 1 which has the notch 3 with a diameter of 10mm in the center by 2mm in 50.8mm long, 50.8mm wide, and thickness by screen-stencil. Printing of the above-mentioned heating element pattern 4 was performed by width of face of 250 micrometers, and the thickness of 20 micrometers.

[0041] Then, the above-mentioned heating element pattern and the 100-micrometer gap were opened in the non-energizing section 5 in this plane of composition, and after screen-stenciling the aforementioned metal paste so that it may become 95% of the area of the non-energizing section of a plane of composition, it dried for 20 minutes at 150 degrees C.

[0042] Then, much more alumimium nitride sintered compact which is not printing further the alumimium nitride sintered compact which formed each pattern similarly at a three-layer pile and the topmost part was piled up, it calcinated for 10 minutes at 1000 degrees C among the vacuum of 1.0×10^{-5} or less Torrs, and the ceramic heater to which each class was joined was obtained.

[0043] The result of having measured the temperature-distribution property about the obtained ceramic heater, a rising-and-falling-temperature rate, endurance, and bonding strength is shown in Table 1.

[0044] In example 2 example 1, what used the palladium powder 10 weight section instead of the Ti powder 10 weight section of a metal paste was used, and the ceramic heater was similarly obtained except having replaced with calcinating baking conditions for 10 minutes at 950 degrees C in atmospheric air.

[0045] The result of having measured the temperature-distribution property about the obtained ceramic heater, a rising-and-falling-temperature rate, endurance, and bonding

strength is shown in Table 1.

[0046] Six kinds of metal pastes changed at a rate which shows the mixed rate in example 3 palladium powder and the end of silver dust in Table 1 were obtained. This metal paste was used, respectively and the ceramic heater was obtained like the example 1, respectively except having replaced with calcinating baking conditions for 10 minutes in atmospheric air at 950 degrees C (in the case [However, the end of silver dust] of the 100 weight sections 1000 degrees C).

[0047] The result of having measured the temperature-distribution property about the obtained ceramic heater, a rising-and-falling-temperature rate, endurance, and bonding strength is shown in Table 1.

[0048] In example of comparison 1 example 1, the epoxy resin adhesive layer was used instead of forming a specific metallized layer, and the ceramic heater was manufactured.

[0049] The result of having measured the temperature-distribution property about the obtained ceramic heater, a rising-and-falling-temperature rate, endurance, and bonding strength is shown in Table 1.

[0050] In example of comparison 2 example 1, the tungsten paste was used instead of forming a specific metallized layer, the metallized layer which consists of a tungsten was formed on the alumimium nitride Green object, and the ceramic heater was similarly created except having replaced baking conditions with carrying out coincidence baking at 1800 degrees C in N2 ambient atmosphere.

[0051] The result of having measured the temperature-distribution property about the obtained ceramic heater, a rising-and-falling-temperature rate, endurance, and bonding strength is shown in Table 1.

[0052]

[Table 1]

表 1

	メタライズ層組成 (重量%)	温度 分布 (℃)	昇降温速度(℃/s)		耐久試験		接合強度 (kg/mm ²)	総合 評価
			昇温速度	降温速度	設定温度	剥離		
実施例 1	Ag 80	0. 2	17. 0	5. 0	500℃	無	33. 2	◎
	Pt 10				300℃	無		
	Ti 10				150℃	無		
実施例 2	Ag 80	0. 3	17. 9	5. 1	600℃	無	31. 5	◎
	Pt 10				500℃	無		
	Pd 10				150℃	無		
実施例 3	Ag 100	0. 2	20. 5	5. 5	500℃	無	27. 8	◎
	Ag 99.5 Pd 0.5	0. 2	20. 4	5. 5	500℃	無	30. 3	◎
	Ag 95 Pd 5	0. 1	19. 7	5. 3	500℃	無	30. 6	◎
	Ag 80 Pd 20	0. 1	18. 0	5. 1	500℃	無	31. 2	◎
	Ag 70 Pd 30	0. 2	17. 2	4. 9	500℃	無	30. 8	◎
	Ag 55 Pd 45	0. 3	13. 5	4. 5	500℃	無	30. 5	○
比較例 1	エポキシ樹脂	2. 6	—	—	150℃	有	1. 2	×
比較例 2	セラミックス — 体接合 co-fire	0. 8	12. 3	3. 6	500℃	無	20. 5	×
					300℃	無		
					150℃	無		

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

DESCRIPTION OF DRAWINGS

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] The perspective view showing one mode of the ceramic heater of this invention

[Drawing 2] The printing pattern of each class for a joint

[Description of Notations]

1: Alumimium nitride sintered compact

2: Electrode

3: Through tube

4: Heating element pattern

5: Specific metallized layer pattern

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-211437

(43) 公開日 平成7年(1995)8月11日

(51) Int.Cl.⁶

H 0 5 B 3/20

識別記号

3 9 3

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平6-1205

(22) 出願日 平成6年(1994)1月11日

(71) 出願人 000003182

株式会社トクヤマ

山口県徳山市御影町1番1号

(72) 発明者 中尾 幸二

山口県徳山市御影町1番1号 徳山曹達株式会社内

(72) 発明者 宮原 健一郎

山口県徳山市御影町1番1号 徳山曹達株式会社内

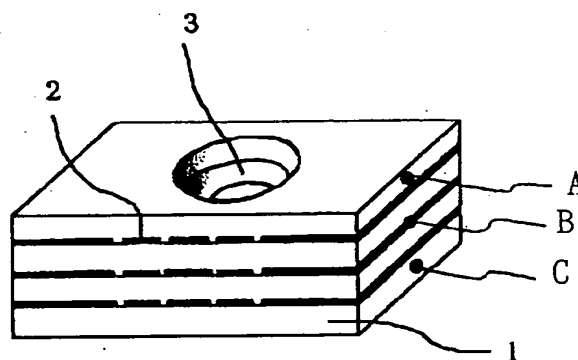
(54) 【発明の名称】 セラミックヒーター

(57) 【要約】

【目的】セラミック焼結体に発熱体パターンを挟んで積層された構造を有するセラミックヒーターにおいて、該発熱体の電源のオン・オフに対応するヒーター全体の昇温・降温速度を向上させ、また、昇温・降温の繰り返しに対する耐久性にも優れたセラミックヒーターを提供する。

【構成】発熱体パターン4よりなる通電部を挟んで窒化アルミニウム焼結体が接合された構造のセラミックヒーターであって、該窒化アルミニウム焼結体1の接合が、接合面の非通電部に、金、銀及び銅より選ばれた少なくとも一種の金属のメタライズ層5を存在させることによって成される。

図 1



【特許請求の範囲】

【請求項1】発熱体パターンよりなる通電部を挟んで窒化アルミニウム焼結体が接合された構造のセラミックヒーターであって、該窒化アルミニウム焼結体の接合が、接合面の非通電部に、金、銀及び銅より選ばれた少なくとも一種の金属のメタライズ層を存在させることによって成されたことを特徴とするセラミックヒーター。

【請求項2】メタライズ層が、白金、パラジウム、チタン、ジルコンより選ばれた少なくとも一種の金属成分を0.5～35重量%の割合で含有する請求項1記載のセラミックヒーター。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、窒化アルミニウム焼結体を使用した新規なセラミックヒーターに関する。詳しくは、セラミック焼結体に発熱体パターンを挟んで積層された構造のセラミックヒーターにおいて、該発熱体の電源のオン・オフに対応するヒーター全体の昇温・降温速度が速く、また、昇温・降温の繰り返しに対する耐久性にも優れるという特性を有し、高精度の温度制御が要求されるような生化学、理化学機器用のヒーターとして有用なセラミックヒーターである。

【0002】

【従来の技術】従来、比較的厚さのあるセラミックヒーターとして、発熱体パターンを介してセラミック焼結体を接合した構造のものが知られている。

【0003】かかる構造のセラミックヒーターは、アルミナ、窒化珪素、窒化アルミニウム等のセラミックスのグリーンシート、プレス成形体等の生成形体に所定の電気抵抗値が得られるように任意の線形状、線幅、長さの発熱体パターンをスクリーン印刷等により形成し、その発熱体パターン上にセラミックグリーンシート、プレス成形体を接合した後、同時焼成することにより製造される。

【0004】上記セラミックスのうち、特に、窒化アルミニウムは、熱伝導性が良好な点で好適に使用される。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上記構造のセラミックヒーターは、セラミックスとして熱伝導性が良好な窒化アルミニウムを使用した場合でも、発熱体への電源のオン・オフに対応するヒーター全体の昇温・降温速度において、未だ改良の余地があった。

【0006】上記したヒーター全体の昇温・降温速度の問題については、発熱体パターンを窒化アルミニウム焼結体全体に形成すれば、ある程度の改良は図れるが、発熱体パターンの形成が煩雑になるばかりでなく、使用時に断線、ショート等の故障の原因にもなる。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明者らは窒化アルミニウムを使用したセラミックヒーターの上記問題点を解

決すべく鋭意研究を行った。その結果、通電部となる発熱体パターン以外の非通電部で、白金、パラジウムを特定量含む銀系メタライズ層により窒化アルミニウム焼結体を接合したヒーター構造とすることにより、該接合部分の昇温・降温の繰り返しに対する耐久性を維持或いは向上させながら、かかる問題を解決し得ることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0008】即ち、本発明は、発熱体パターンよりなる通電部を挟んで窒化アルミニウム焼結体が接合された構造のセラミックヒーターであって、該窒化アルミニウム焼結体の接合が、接合面の非通電部に、金、銀及び銅より選ばれた少なくとも一種の金属のメタライズ層を存在させることによって成されたことを特徴とするセラミックヒーターである。

【0009】本発明において、発熱体パターンは、積層された窒化アルミニウム焼結体間に形成される。この発熱体パターンの材質は、公知の材質が特に制限なく使用される。例えば、タングステン、モリブデン・マンガ、炭化タングステン、窒化チタン等の高融点金属が挙げられる。また、金、銀、白金等の貴金属或いはこれと他の金属との合金なども一使用することができる。

【0010】また、発熱体パターンの形状、大きさ等も特に制限されるものではなく、目的とするセラミックヒーターの形状、機能等にあわせて適宜決定すれば良い。一般には、断面積2000～10000 μm^2 の線幅で発熱体パターンを形成すればよい。

【0011】本発明において、窒化アルミニウム焼結体は、公知の方法によって製造される材質のものが特に制限なく使用される。一般には、熱伝導性を高く保つため、窒化アルミニウムが92重量%以上の純度を有するものが好ましい。また、上記窒化アルミニウム以外の組成として、焼結助剤としてのイットリア(Y_2O_3)、カルシア(CaO)、微量の酸素、その他、モリブデン、クロム、鉄、チタン等の金属またはその酸化物よりなる黒色化剤などを含んでもよい。

【0012】また、窒化アルミニウム焼結体の形状は、相互に接合するための接合面を有するものであれば特に制限されない。例えば、平坦面、湾曲面或いは異形面を有する板状体、半球体、筒状体等の形状が好適である。

【0013】本発明のセラミックヒーターの特徴は、窒化アルミニウムの接合が、金、銀及び銅より選ばれた少なくとも一種のメタライズ層（以下、特定メタライズ層ともいう）を該窒化アルミニウム焼結体の接合面の非通電部に存在させることによって成されたことにある。

【0014】かかる特定メタライズ層を設けることにより、セラミックヒーターの全体にわたって極めて均一に昇温が可能となり、また、電源をオフにしたときには、素早く降温するという特性を発揮すると共に、発熱体パターンを挟んで存在する窒化アルミニウム焼結体間の接合強度をも向上させることができ、昇温・降温の繰り返

しに対する耐久性にも優れるという特性を発揮することが可能である。

【0015】本発明において、特定メタライズ層は、その熱伝導性を極端に低下しない範囲で他の成分を配合しても良い。一般には、かかる他の成分の添加量は、50重量%以下が好ましい。

【0016】例えば、接合強度を向上するために、白金、パラジウム、チタン、ジルコン等の金属又はガラス成分より選ばれた少なくとも一種の成分を上記範囲、好ましくは、0.5～35重量%で添加することができ、特に、銀を主成分とする銀系のメタライズ層の場合、白金、パラジウム等の金属を使用することは、銀のマイグレーションを防止することもでき好ましい。

【0017】また、銅を主成分とする銅系のメタライズ層の場合、銅との合金を形成し得る亜鉛、スズ、アルミニウム等の金属成分の添加は、銅の腐食を防止するために好ましい。

【0018】本発明において、上記特定メタライズ層は、接合面の非通電部に、発熱体パターン及びこれに接続する電極パターンよりなる通電部と接触しないように設けられていれば良いが、該非通電部において可及的に広い範囲に存在せしめることが好ましい。

【0019】好適な態様を例示すれば、上記通電部との間隙は、通電部のパターンの線幅の20%以上となるように設定することが好ましく、また、特定メタライズ層は、接合面の非通電部の面積の50%以上、好ましくは、80%以上の面積で存在させることが、本発明の目的を達成する上で好ましい。

【0020】更に、特定メタライズ層の厚みは、特に制限されないが、一般に10～30 μm が適当である。

【0021】本発明のセラミックヒーターの一態様を図1に示す。また、図2は図1のセラミックヒーターの接合面における断面図を示す。

【0022】図1に示すセラミックヒーターは、中央に円形の切欠部3を有する窒化アルミニウム焼結体1を使用した態様であり、発熱体パターン4は、かかる切欠部3の形状に合うように、環状に形成されている。また、2は、発熱体パターン4に通電するための電極である。

【0023】特定メタライズ層5は、窒化アルミニウム焼結体の接合面の、発熱体パターンの存在しない、非通電部に、該発熱体パターンと接触しないよう間隙をあけて形成されている。

【0024】本発明のセラミックヒーターの製造方法は、特に制限されるものではない。

【0025】代表的な方法を例示すれば、接合される窒化アルミニウムのグリーン体の接合面に、発熱体パターン及び特定メタライズ層をそれぞれ形成し得る金属ペーストをスクリーン印刷等の手段で塗布した後、該グリーン体と金属ペーストとを同時焼成して製造する方法、窒化アルミニウム焼結体の接合面に、発熱体パターン及び

特定メタライズ層をそれぞれ形成し得る金属ペーストをスクリーン印刷等の手段で塗布した後、窒化アルミニウム焼結体を積層し、金属ペーストを焼成して製造する方法等が挙げられる。

【0026】尚、上記金属ペーストの焼成条件は、800～1500 $^{\circ}\text{C}$ が適当であり、活性金属を含む場合は真空中あるいは窒素、アルゴン、水素等のガス或いはこれらの混合ガスのような非酸化性雰囲気中で一般に行われる。また、活性金属を含まない場合は、酸化性雰囲気での焼成も可能である。

【0027】前記方法に使用する金属ペーストのうち、発熱体パターンを形成するための金属ペーストとしては、白金、金等の貴金属；Cu；Cu-Ag；Ni-Cr；Ti、Zr等の活性金属を含む金属等の金属、エチルセルロース、アクリル樹脂等の有機バインダーと、必要に応じて、テルビネオール、デキサノール等の有機溶剤よりなる組成のものが一般に使用される。

【0028】また、特定メタライズ層を形成するための金属ペーストとしては、前記メタライズ組成と、上記有機バインダー、更に、必要に応じて、有機溶剤を含む組成のものが一般に使用される。

【0029】これらの金属ペーストにおいて、金属粒子の直径は、一般に1～10 μm のものが好適である。

【0030】

【発明の効果】以上の説明より理解されるように、本発明のセラミックヒーターは、特定メタライズ層の接着性と熱伝導性との相乗作用により、該発熱体の電源のオン・オフに対応するヒーター全体の昇温・降温速度が極めて速いという特性を有する。

【0031】従って、極めて高精度の温度制御が可能なセラミックヒーターを提供することが可能となる。

【0032】また、上記のように特定メタライズ層と窒化アルミニウム焼結体との接合力も優れているため、昇温・降温の繰り返しに対する耐久性にも優れるという特性を有し、実用的な信頼性が高いものである。

【0033】

【実施例】尚、以下の実施例及び比較例において、各種試験方法は、下記の方法に従って行った。

【0034】(1) 温度分布

セラミックヒーターにリードを取り付けた後、定電力電源を用いて通電し、測定点の最高温度が150 $^{\circ}\text{C}$ になるように設定して、その時のヒーター側面の温度分布の測定を、図1のA、B、Cの各位置で行い、各測定点の温度差の最大値を示した。

【0035】(2) 昇降温速度

セラミックヒーターにリードを取り付けた後、室温→500 $^{\circ}\text{C}$ の昇温に要した時間と電源を切った後、室温までの降温に要した時間を、図1のA、B、Cの各位置において測定した。

【0036】(3) 耐久試験

セラミックヒーターに1時間通電後1時間通電停止という耐久試験を500サイクル行ない、接合面の剥離状態を観察した。

【0037】(4) 接合強度

JIS R 1601に準ずる3点曲げ試験により測定した。

【0038】実施例1

図1に示す構造のセラミックヒーターを以下の方法により製造した。

【0039】銀粉末80重量部、白金粉末10重量部、Ti粉末10重量部からなる混合粉末に有機バニダのエチルセルロースと溶剤のテルビネオールを加え、三本ロール機で混練して、特定メタライズ層形成用の金属ペーストを得た。尚、金属粉末としてはすべて平均粒径1~2 μ mのものをを用いた。

【0040】上記の金属ペーストを使用して、縦50.8mm、横50.8mm、厚さ2mmで中央に直径10mmの切欠部3を有する窒化アルミニウム焼結体1の接合面に、先ず発熱体パターン4とこれに接続する電極パターン2をスクリーン印刷により形成した。上記発熱体パターン4の印刷は、幅250 μ m、厚み20 μ mで行った。

【0041】その後、該接合面における非通電部5に、上記発熱体パターンと100 μ mの間隙をあけて、接合面の非通電部の面積の95%となるように前記の金属ペーストをスクリーン印刷した後、150℃で20分間乾燥した。

【0042】その後、同様にして各パターンを形成した窒化アルミニウム焼結体を3層重ね、最上部に更に印刷していない一層の窒化アルミニウム焼結体を重ね、1.0 $\times 10^{-3}$ Torr以下の真空中、1000℃で10分間焼成して、各層が接合されたセラミックヒーターを得た。

【0043】得られたセラミックヒーターについての温度分布特性、昇降温速度、耐久性、接合強度を測定した結果を表1に示す。

【0044】実施例2

実施例1において、金属ペーストのTi粉末10重量部の代りにパラジウム粉末10重量部を用いたものを使用し、焼成条件を大気中で950℃で10分間焼成することに代えた以外は同様にしてセラミックヒーターを得た。

【0045】得られたセラミックヒーターについての温度分布特性、昇降温速度、耐久性、接合強度を測定した結果を表1に示す。

【0046】実施例3

10. パラジウム粉末と銀粉末の混合割合を表1に示す割合で変えた6種類の金属ペーストを得た。この金属ペーストをそれぞれ使用し、焼成条件を、大気中で950℃(但し、銀粉末100重量部の場合は1000℃)で10分間焼成することに代えた以外は実施例1と同様にしてそれぞれセラミックヒーターを得た。

【0047】得られたセラミックヒーターについての温度分布特性、昇降温速度、耐久性、接合強度を測定した結果を表1に示す。

【0048】比較例1

20. 実施例1において、特定メタライズ層を形成する代りにエポキシ樹脂接着剤層を用いて、セラミックヒーターを製造した。

【0049】得られたセラミックヒーターについての温度分布特性、昇降温速度、耐久性、接合強度を測定した結果を表1に示す。

【0050】比較例2

実施例1において、特定メタライズ層を形成する代りにタングステンペーストを使用して、窒化アルミニウムグリーン体上にタングステンよりなるメタライズ層を形成し、焼成条件をN₂雰囲気中で1800℃で同時焼成することに代えた以外は同様にしてセラミックヒーターを作成した。

【0051】得られたセラミックヒーターについての温度分布特性、昇降温速度、耐久性、接合強度を測定した結果を表1に示す。

【0052】

【表1】

表 1

	メタライズ層組成 (重量%)	温度 分布 (℃)	昇降温速度(℃/s)		耐 久 試 験		接合強度 (kg/mm ²)	結 合 評 価
			昇温速度	降温速度	設定温度	剥離		
実施例1	Ag 80	0.2	17.0	5.0	500℃	無	33.2	◎
	Pt 10				300℃	無		
	Ti 10				150℃	無		
実施例2	Ag 80	0.3	17.9	5.1	600℃	無	31.5	◎
	Pt 10				500℃	無		
	Pd 10				150℃	無		
実施例3	Ag 100	0.2	20.5	5.5	500℃	無	27.8	◎
	Ag 99.5 Pd 0.5	0.2	20.4	5.5	500℃	無	30.3	◎
	Ag 95 Pd 5	0.1	19.7	5.3	500℃	無	30.6	◎
	Ag 80 Pd 20	0.1	18.0	5.1	500℃	無	31.2	◎
	Ag 70 Pd 30	0.2	17.2	4.9	500℃	無	30.8	◎
	Ag 55 Pd 45	0.3	13.5	4.5	500℃	無	30.5	○
比較例1	エポキシ樹脂	2.6	—	—	150℃	有	1.2	×
比較例2	セラミック 一体接合 co-fire	0.8	12.3	3.6	500℃	無	20.5	×
					300℃	無		
					150℃	無		

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明のセラミックヒーターの一態様を示す斜視図

【図2】接合部分の各層の印刷パターン

【符号の説明】

* 1 : 窒化アルミニウム焼結体

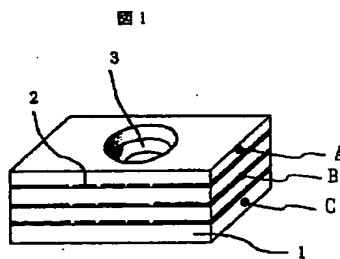
2 : 電極

3 : 貫通孔

4 : 発熱体パターン

* 5 : 特定メタライズ層パターン

【図1】



(6)

特開平7-211437

【図2】

図2

